

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : **58-015031**

(43)Date of publication of application : **28.01.1983**

(51)Int.Cl.

C01G 23/053

(21)Application number : **56-110152**

(71)Applicant : **OKABE TAIJIRO**

(22)Date of filing : **15.07.1981**

(72)Inventor : **OKABE TAIJIRO
NARITA EIICHI
ICHIKAWA HITOSHI**

(54) MANUFACTURE OF HIGH PURITY TITANIUM DIOXIDE

(57)Abstract:

PURPOSE: To efficiently obtain high purity white TiO₂ by decomposing a starting material contg. Ti with hydrochloric acid, selectively extracting titanyl chloride from the liq. decomposition product by a solvent extraction method, and thermally decomposing or hydrolyzing it.

CONSTITUTION: A starting material contg. Ti such as ilmenite is decomposed with concd. hydrochloric acid, and after adjusting the concn. of free hydrochloric acid to $\leq 7\text{mol/l}$, the liq. decomposition product is brought into contact with an org. phase of a hydrocarbon extracting reagent contg. oxygen such as 4W10C ether or alcohol, or 4W8C org. phosphoric ester to selectively extract iron chloride into the org. phase. The residual aqueous phase is adjusted to $\geq 8\text{mol/l}$ concn. of free hydrochloric acid and brought into contact with an org. phase of 4W8C org. phosphoric ester to selectively extract titanyl chloride into the org. phase. By bringing the org. phase contg. Ti into contact with 3W7mol/l aqueous hydrochloric acid soln., titanyl chloride is back-extracted into the aqueous phase, and it is thermally decomposed or hydrolyzed to obtain desired high purity TiO₂.

⑫ 公開特許公報 (A)

昭58—15031

⑤ Int. Cl.³
C 01 G 23/053

識別記号

庁内整理番号
6977—4G

④ 公開 昭和58年(1983)1月28日

発明の数 1
審査請求 未請求

(全 7 頁)

⑤4 高純度二酸化チタンの製造方法

②1 特 願 昭56—110152

②2 出 願 昭56(1981)7月15日

②3 発 明 者 岡部泰二郎
仙台市水の森1丁目2—23

②4 発 明 者 成田栄一

仙台市角五郎1丁目7—12

②5 発 明 者 市川均

東京都目黒区祐天寺1丁目22—
6

②6 出 願 人 岡部泰二郎

仙台市水の森1丁目2—23

明 細 書

1. 発明の名称

高純度二酸化チタンの製造方法

2. 特許請求の範囲

チタン含有原料を濃塩酸により分解し、この分解液について、 7 mol/l 以下の遊離塩酸濃度の条件で炭素数4～10個のエーテル、アルコール、ケトンなどの含酸素炭化水素系抽出剤もしくは炭素数4～8個の有機リン酸エステルの有機相と接触させることにより、まず塩化鉄を選択的に有機相に抽出し、ついでこの抽残水相に塩化水素を加え、 8 mol/l 以上の遊離塩酸濃度の条件で炭素数4～8個の有機リン酸エステルの有機相と接触させることにより、あるいは 6 mol/l 以上の遊離塩酸濃度の条件で炭素数4～8個の有機酸化リンの有機相と接触させることにより、塩化チタニルを選択的に有機相に抽出し、このチタン含有有機相を有機リン酸エステルを用いた場合には $3\sim 7\text{ mol/l}$ の塩酸水溶液と、有機酸化リンを用いた場合には $3\sim 4\text{ mol/l}$ の塩酸水溶液とそれぞれ

接触させることにより塩化チタニルを水相に逆抽出し、得られたチタン含有塩酸水溶液から白色高純度の二酸化チタンを得ることを特徴とする高純度二酸化チタンの製造方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は、チタン含有原料の塩酸分解—溶媒抽出法による高純度二酸化チタンの製造方法に関するものである。さらに詳しくは、チタン含有原料を塩酸水溶液と反応させることにより、チタンをはじめ鉄、アルミニウム、マンガン、クロム、マグネシウムを塩化物として水溶液中に溶解させ、得られた遊離塩酸濃度 $3\sim 7\text{ mol/l}$ の金属塩化物水溶液をエーテル類(エチルエーテル、ブチルエーテルなど)、アルコール類(ヘキサノール、デカノールなど)、ケトン類(メチル—iso—ブチルケトン、シクロヘキサノンなど)などの炭素数4～10個の含酸素炭化水素系抽出剤もしくはリン酸トリブチルやリン酸トリオクチルのような炭素数4～8個のアルキル基を有する有機リン酸エステルと接触させて、まず塩化鉄を選択的に有機

相に抽出し、ついで抽残水相に塩化水素を加え、塩酸濃度を 8 mol/l 以上にあげた後、新たに用意した炭素数4～8個のアルキル基を有する有機リン酸エステルと再び接触させて塩化チタニルを選択的に有機相に抽出し、この有機相に $3 \sim 7 \text{ mol/l}$ の塩酸水溶液を接触させて逆抽出により得られたチタン含有塩酸水溶液を高温熱分解または加水分解させて白色高純度の二酸化チタンを得ることを特徴とする高純度二酸化チタンの製造方法に係るものである。また、塩化鉄抽出後の抽残水相の塩酸濃度を 6 mol/l 以上に調整した後、有機リン酸エステルの代りに炭素数4～8個のアルキル基を有する有機酸化リンと接触させて塩化チタニルを選択的に有機相に抽出する方法も本発明に含まれる。

本発明においては、チタン含有原料の塩酸による分解を行なっているが、硫酸の代りに塩酸を用いることは古くから実施されており、公知である。本発明において塩酸を選んだ理由は、塩酸分解によって塩化物水溶液が得られ、これが次の本発明

元して鉄の大部分を金属として除去した高チタン鉱滓およびイルメナイト鉱を塩酸水溶液により加圧分解して鉄の大部分を塩化鉄として除去した合成ルチル鉱はチタン分を多く含み、酸との反応性も良好であるので本発明の方法を適用することができる。チタン含有原料と塩酸との反応は古くから実施されており、 $60 \sim 100^\circ\text{C}$ の間の温度で行なうのが良く、 $70 \sim 85^\circ\text{C}$ の間の温度が最も好ましい。温度が高くなるにしたがって反応は早くなるが、一方では水溶液中に溶解したチタン分が一部加水分解を起こして二酸化チタン水和物として沈殿し、チタン分の溶解率が低下するので好適反応温度には上限がある。 60°C 以下の温度では、チタン含有原料と塩酸との反応速度がきわめて遅くなり、経済的でない。塩酸の濃度は高いほど良く、少なくとも反応開始時において 9 mol/l 以上が好ましい。チタン含有原料と塩酸との量的関係については、塩酸の量が少ないとチタン分と鉄分の濃厚な水溶液が得られるが、反応速度が低下したり、生成水溶液の粘度が増大するので、

の特徴とする溶媒抽出法による金属の分離精製工程にきわめて有利に働くこと、および酸の回収・再利用が容易なことからである。塩化鉄および塩化チタニル抽出後の水相は、 MgCl_2 、 AlCl_3 、 MnCl_2 、 CrCl_3 などを含む塩酸水溶液であるが、これは噴霧パイ焼炉を用いる熱分解あるいは硫酸添加後の加熱によって含有金属成分と塩酸の回収が可能である。チタン含有原料の分解に用いる酸は最終製品である二酸化チタンに付加されないもので、酸の回収・再利用は省資源および環境保全の立場から重要課題となっているが、従来の硫酸法では廃酸からの硫酸の回収が困難であり、大きな問題となっている。これに対して、本発明ではチタン含有原料の分解に塩酸を用いており、酸の回収を容易にするという点においても優れている。

本発明で用いられるチタン含有原料としては、 TiO_2 分を少なくとも 20 重量%以上含むものが好ましく、イルメナイト鉱、チタン磁鉄鉱もしくはルチル鉱が用いられる。また、イルメナイト鉱を少量のマグネシアヤシリカとともに電気炉で選

理論量の $1 \sim 4$ 倍量の塩酸が用いられる。この場合、本発明の特徴とする溶媒抽出法による分離精製工程を考慮し、分解反応後遊離塩酸濃度が $3 \sim 7 \text{ mol/l}$ になるように塩酸の使用量を調節することが好ましい。

チタン含有原料を塩酸で分解することによって得られる水溶液中には、塩化チタニルと塩化鉄が主に含まれており、このほかチタン含有原料に随伴して混入するマグネシウム、アルミニウム、マンガン、クロムなどの塩化物が少量含まれている。このうち鉄は2価と3価のイオンとして含まれている。次の本発明の特徴とする溶媒抽出工程においては Fe^{2+} の除去も可能であるが、 Fe^{3+} の方が Fe^{2+} に比べてより選択的に抽出され易い。そこで、チタン含有原料の分解時もしくは分解後に空気、酸素もしくは塩素ガスを吹き込むか、またはその他の酸化方法によって分解液中の Fe^{2+} を Fe^{3+} に酸化しておくことが好ましい。

本発明者らはこのようにして得られた Fe^{3+} と Ti^{4+} を主に含む塩酸水溶液を、塩酸濃度を変え

ながらエーテル、アルコール、ケトンなどの含酸素炭化水素系抽出剤、有機リン酸エステルもしくは有機酸化リンと接触させることにより、 Fe^{3+} と Ti^{4+} をそれぞれ選択的に有機相に移行できることを見出した。代表的な含酸素炭化水素系抽出剤であるエチルエーテルと有機リン酸エステルであるリン酸トリ- n -ブチルによる Fe^{3+} と Ti^{4+} 含有塩酸水溶液からの金属イオンの抽出挙動を第1図に示した。エチルエーテルについては、塩酸濃度が高くなるにしたがって Fe^{3+} の抽出率は上昇し、4~6 mol/l の塩酸濃度においてはほとんど完全に有機相に抽出された。さらに塩酸濃度が高くなると Fe^{3+} の抽出率は低下するが、この結果から3~7 mol/l の塩酸濃度において Fe^{3+} の抽出分離が可能であることがわかる。一方、 Ti^{4+} の抽出率は3~7 mol/l の塩酸濃度において1%以下である。リン酸トリ- n -ブチルについては、3~7 mol/l の塩酸濃度において Fe^{3+} はほとんど完全に抽出され、一方 Ti^{4+} はほとんど抽出されないことがわかる。これは

酸トリ- n -ブチルについては8 mol/l 以上の塩酸濃度において、塩酸濃度の増加とともに急激に上昇した。また、酸化トリ- n -オクチルホスフィンについては、6 mol/l 以上の塩酸濃度において、同様に急激に上昇した。これら Ti^{4+} の抽出の際、広範囲の塩酸濃度領域において、 $MgCl_2$ 、 $AlCl_3$ 、 $MnCl_2$ 、 $CrCl_3$ など是有機相に抽出されず、水溶液中に残る。これら第3成分の金属イオンのうち最も抽出され易い Mn^{2+} についての、リン酸トリ- n -ブチルによる抽出挙動を第4図に示した。この結果から、 Ti^{4+} が抽出される条件下で Mn^{2+} はほとんど抽出されないことがわかる。したがって、 Fe^{3+} を除去した抽残水相の塩酸濃度を増し、これを有機リン酸エステルまたは有機酸化リンと接触させることにより、 Ti^{4+} を選択的に有機相に移行させることができる。このように Ti^{4+} だけを選択的に分離できることは本発明の最大の長所である。

以上の結果をもちに、チタン含有原料の塩酸分解-溶媒抽出法のフローシートの一例を第5図に

Ti^{4+} の塩析効果によるものであり、 Fe^{3+} の抽出率は Fe^{3+} 単独の水溶液の場合に比べてはるかに上昇し、逆に Ti^{4+} の抽出率は Ti^{4+} 単独の水溶液の場合に比べて低下した。このため両者の分離性は著しく向上した。この塩析効果はエチルエーテルをはじめ他の含酸素炭化水素系抽出剤の場合にも認められたが、有機リン酸エステルの場合特に顕著であった。 Fe^{3+} と Ti^{4+} 含有塩酸水溶液からの金属イオンの抽出におよぼすリン酸トリ- n -ブチルの濃度の影響を第2図に示した。この結果から、有機相中のリン酸トリ- n -ブチル濃度を調整することにより、 Ti^{4+} の共抽出を著しく抑えながら Fe^{3+} を抽出できることがわかる。この Fe^{3+} と Ti^{4+} の高い分離性は、 Fe^{3+} の純度と回収率を向上させ、かつ Ti^{4+} の損失を防ぐという意味で本発明の大きな長所の一つである。代表的な有機リン酸エステルであるリン酸トリ- n -ブチルと有機酸化リンである酸化トリ- n -オクチルホスフィンによる Ti^{4+} 含有塩酸水溶液からの Ti^{4+} の抽出挙動を第3図に示した。リン

示した。すなわち、この方法はチタン含有原料の塩酸水溶液による分解によって遊離塩酸濃度3~7 mol/l の分解液を得、これに空気、酸素もしくは塩素ガスを吹き込むか、または他の酸化方法により含有 Fe^{2+} を Fe^{3+} に酸化した後、含酸素炭化水素系抽出剤もしくは有機リン酸エステルと接触させることにより Fe^{3+} のみを有機相に抽出し、ついで抽残水相に塩化水素ガスを吹き込んだ後、再び新たな有機リン酸エステルもしくは有機酸化リンと接触させることにより Ti^{4+} のみを有機相に抽出し、 Fe^{3+} と Ti^{4+} をそれぞれ選択的に分離回収する方法である。二酸化チタンは、 Ti^{4+} を含む有機相に塩酸水溶液を接触させて塩化チタン水溶液を得、この水溶液を高温熱分解または加水分解することにより容易に得ることができる。逆抽出水相の塩酸濃度は、有機リン酸エステルを用いた場合には3~7 mol/l、有機酸化リンを用いた場合には3~5 mol/l が適当である。一方、 Fe^{3+} を含む有機相を水もしくは2 mol/l 以下の塩酸水溶液と接触させることによ

り純度の高い塩化第二鉄水溶液が得られるので、この水溶液から各種の処理方法により高純度の塩化鉄、酸化鉄、金属鉄を得ることができる。

溶媒抽出法により酸水溶液から Fe^{3+} を分離回収する試みは近年いくつか提案され、一部工業化もされている。また、チタン含有原料を塩酸水溶液で処理して得た分解液に対して溶媒抽出法を試みた例は過去において二、三ある。例えば、D. A. Ellis (U. S. Patent 3,104,950) はリン酸トリアチルのような有機リン酸エステル類またはトリオクチルアミンのような有機アミン類によって分解液から Fe^{3+} のみを除去し、 Ti^{4+} を含む抽残水相を加熱して加水分解により二酸化チタンを得ている。また、山村ら (特公昭47-49995) は炭素数4~10個の有機ケトン類によって分解液から Fe^{3+} のみを除去し、前記の特許と同様の操作により抽残水相から二酸化チタンを得ている。これらの方法では、いずれも溶媒抽出によって Fe^{3+} を除去するにとどまっておき、抽残水相の加熱加水分解によって生成す

いる。また、有機リン酸エステルと有機酸化リンについては、抽出剤を単独で用いるほかに、ベンゼン、トルエン、その他の芳香族炭化水素系、ケロシン、四塩化炭素などにより希釈して使用しても同様に良好な結果が得られ、水相と有機相の分離性および取り扱いの点においてはより一層向上する。特に炭素数の多いアルキル基を有する抽出剤は固体であるので、適当な溶媒により希釈して用いるのが普通である。これら希釈剤によって希釈した有機リン化合物系抽出剤の使用濃度は $0.3 \sim 3.5 \text{ mol/l}$ 、好ましくは $1.5 \sim 3.5 \text{ mol/l}$ である。また、抽出剤の抽出能力、選択性を低下させることなく調節剤を加え、溶媒抽出の採集性を向上させることは好ましい。

本発明の方法では、以上のようにして得られた Ti^{4+} 含有有機相を、有機リン酸エステルを用いた場合には $3 \sim 7 \text{ mol/l}$ の塩酸水溶液と、有機酸化リンを用いた場合には $3 \sim 5 \text{ mol/l}$ の塩酸水溶液とそれぞれ接触させて塩化チタニルを水溶液側に逆抽出し、この水溶液を噴霧パイロ炉を用い

る二酸化チタンは抽残水相に共存している Mg^{2+} 、 Al^{3+} 、 Mn^{2+} 、 Cr^{3+} などを含有するので、純度の高いものは得難い。また、これら不純物は生成二酸化チタンの白色度、結晶形、粒子形にも悪影響をおよぼす。これに対して、本発明では目的成分である Ti^{4+} を高い選択性をもって有機相に抽出分離させることができるので、これから得られる二酸化チタンは純度がきわめて高いという特徴を有している。

本発明において用いられる抽出剤としては、塩化鉄の場合、炭素数4~10の含酸素炭化水素抽出剤もしくは炭素数4~8個のアルキル基を有する有機リン酸エステルであれば、いずれも好適であるが、特に塩化鉄の抽出能力および選択性においてリン酸トリアチルが優れている。一方、塩化チタニルの場合、炭素数4~8個のアルキル基を有する有機リン酸エステルもしくは有機酸化リンであればいずれも好適であるが、塩化チタニルの抽出能力、選択性および取り扱いの点でリン酸トリアチルと酸化トリオクチルホスフィンが優れて

る熱分解あるいは加熱やアルカリ添加による加水分解によって二酸化チタン水和物を沈殿として生成させる。従来の硫酸法においては加熱加水分解が行なわれているが、この方法を該水溶液に対して適用することも十分可能であり、むしろ不純物の量がきわめて少ないので、硫酸法より容易である。

以上のようにして生成した二酸化チタン水和物を加熱炉によって 600°C 以上の温度に加熱すると、アナターゼ型もしくはルチル型の結晶構造を持つ二酸化チタンが得られる。本発明の方法では不純物の量がきわめて少ない塩化チタニル溶液が得られるので、これから生成した二酸化チタンは純度が高く、顔料用あるいは化繊用として優れた性質を有するものである。

以下に本発明の実施例を示す。

実施例 1.

平均粒子径 $150 \sim 200$ メッシュ程度に粉碎したオーストラリア産のイルメナイト鉱 (Ti 32.2%、 Fe 29.2%、 Mn 3.1%、 Cr

0.04%) 50g に 12 mol/l 塩酸を 400 ml 加え、 80°C の温度に加熱しながら 5 時間分解反応を行なった。この分解液中の未溶解の残渣を濾別した後、空気を吹き込み、ついで塩素を吹き込んで鉄イオンを 2 価から 3 価に酸化したところ、水溶液中には $\text{Ti } 41 \text{ g/l}$ 、 $\text{Fe } 40 \text{ g/l}$ が含まれており、遊離の塩酸濃度は約 5 mol/l であった。

この分解液 250 ml をとり、これに 50%-リン酸トリ-*n*-ブチルのベンゼン溶液 250 ml を加えて振り混ぜたところ水溶液中の水相 Fe^{3+} はすべて有機相に移行したが、 Ti^{4+} はほとんどに残留した。この尾液に塩化水素ガスを吹き込み、遊離塩酸濃度を 9 mol/l まで上昇させた後、再び新にな 50%-リン酸トリ-*n*-ブチルのベンゼン溶液 250 ml を加えて振り混ぜたところ Ti^{4+} は 85% 有機相に移行した。この操作を 2 回繰り返すことにより Ti^{4+} の抽出分離は完全となった。有機相の Fe^{3+} については 0.5 mol/l の塩酸水溶液 500 ml を用いて、

ところ Ti^{4+} は 85% 有機相に移行した。この操作を 2 回繰り返すことにより Ti^{4+} の抽出分離は完全となった。この有機相に対して 4 mol/l の塩酸水溶液を用いて逆抽出し、得られた Ti^{4+} を含む塩酸水溶液を常圧において 1 時間加熱沸騰させたところ二酸化チタン水和物の沈殿が生成した。この沈殿を濾過水洗後 800°C で 5 時間電気炉中で焼成することにより、実施例 1 で得られたものと同様の白色高純度二酸化チタンが 17g 得られた。

実施例 3.

実施例 1 と同様の操作で得られたイルメナイト鉱の塩酸分解液 250 ml をとり、エチルエーテル 250 ml を加えて振り混ぜたところ、水溶液中の Fe^{3+} はすべてエチルエーテル中に移行したが、 Ti^{4+} はほとんど水相に残留した。この尾液について実施例 1 と同様に 50%-リン酸トリ-*n*-ブチルのベンゼン溶液 250 ml を用い、同様に処理したところ、実施例 1 で得られたものと同様の白色高純度二酸化チタンが 17g 得られた。

特開昭 58- 15031 (5)

Ti^{4+} については 4 mol/l の塩酸水溶液 500 ml を用いてそれぞれ逆抽出することにより、高純度の塩化物水溶液として回収できた。 Ti^{4+} を含む塩酸水溶液を常圧において 1 時間加熱沸騰させたところ、二酸化チタン水和物の沈殿が生成した。この沈殿を濾過水洗後、 850°C で 3 時間電気炉中で焼成することにより、日本標準規格の顔料用および化機用二酸化チタンを十分上まわる純度 99% 以上の白色高純度二酸化チタンが 17g 得られた。

実施例 2

実施例 1 と同様の操作で得られたイルメナイト鉱の塩酸分解液 250 ml をとり、50% のリン酸トリ-*n*-オクチルのベンゼン溶液 500 ml を加えて振り混ぜたところ、水溶液中の Fe^{3+} はすべて有機相に移行したが、 Ti^{4+} はほとんど水相に残留した。この尾液に塩化水素ガスを吹き込み、遊離塩酸濃度を 10 mol/l まで上昇させた後、再び新にな 50%-リン酸トリ-*n*-オクチルのベンゼン溶液 250 ml を加えて振り混ぜた

実施例 4.

実施例 1 と同様の操作で得られたイルメナイト鉱の塩酸分解液 250 ml をとり、実施例 1 と同じく 50%-リン酸トリ-*n*-ブチルのベンゼン溶液 250 ml を加えて振り混ぜることにより、水溶液中の Fe^{3+} をすべて有機相に移行した。この尾液に塩化水素ガスを吹き込み、遊離塩酸濃度を 7 mol/l まで上昇させた後、50%-酸化トリ-*n*-オクチルホスフィンのトルエン溶液 250 ml を加えて振り混ぜたところ Ti^{4+} は 85% 有機相に移行した。この有機相に対して 4 mol/l の塩酸水溶液を用いて逆抽出し、得られた Ti^{4+} を含む塩酸水溶液を常圧において 1 時間加熱沸騰させたところ二酸化チタン水和物の沈殿が生成した。この沈殿を濾過水洗後、 850°C で 3 時間電気炉中で焼成することにより、実施例 1 で得られたものと同様の白色高純度二酸化チタンが 15.5g 得られた。

実施例 5.

平均粒子径 150 メッシュ程度に粉砕した高チ

タン酸率 (Ti 42.2%, Fe 10.6%, Mn 0.15%, Cr 0.14%) 50 g に 12 mol/l 塩酸を 400 ml 加え、85°C の温度に加熱しながら 3 時間分解反応を行なった。この分解液中の未溶解の残渣を濾別した後、空気を吹き込み、ついで塩素を吹き込んで鉄イオンを 2 価から 3 価に酸化したところ、水溶液中には Ti 53.5 g/l、Fe 14.3 g/l が含まれており、遊離の塩酸濃度は約 5 mol/l であった。

この分解液 250 ml をとり、実施例 1 とまったく同様に処理したところ、実施例 1 で得られたものと同様の白色高純度二酸化チタンが 20.5 g 得られた。

4. 図面の簡単な説明

第 1 図は種々の塩酸濃度におけるリン酸トリ-*n*-ブチルおよびエチルエーテルによる Fe^{3+} と Ti^{4+} の抽出挙動を示した曲線図である。曲線 1 は Fe^{3+} 濃度 0.293 mol/l、 Ti^{4+} 濃度 0.540 mol/l の混合溶液を 50%-リン酸トリ-*n*-ブチルのベンゼン溶液と一緒に、相比 1、

溶液を 50%-リン酸トリ-*n*-ブチルのベンゼン溶液と一緒に、第 1 図と同様の振とう条件で振とうした時に得られた Ti^{4+} の抽出曲線である。曲線 2 は 50%-酸化トリ-*n*-オクチルホスフィンのベンゼン溶液を用い、同様の処理によって得られた Ti^{4+} の抽出曲線である。

第 4 図は Ti^{4+} または Mn^{2+} 含有の単独溶液を塩酸濃度 9.6 mol/l、振とう条件を第 1 図と同じにして、50%-リン酸トリ-*n*-ブチルのベンゼン溶液と一緒に振とうした時の抽出平衡図である。曲線 1 は Ti^{4+} の抽出平衡曲線、曲線 2 は Mn^{2+} の抽出平衡曲線である。

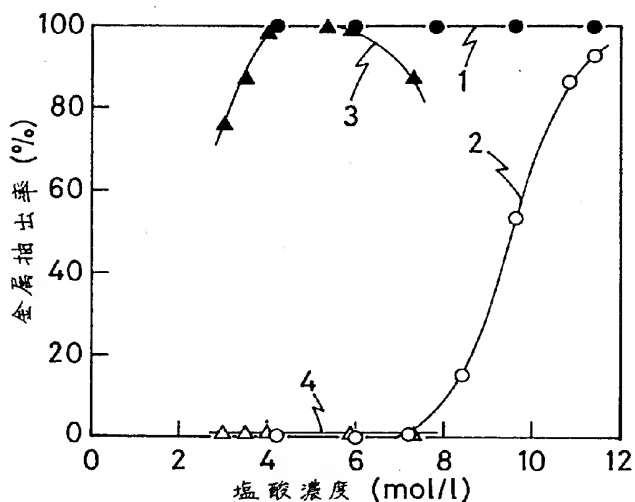
第 5 図はチタン含有原料の塩酸分解とこれに続く溶媒抽出による Fe^{3+} と Ti^{4+} の分解回収および Ti^{4+} 含有水溶液から高純度二酸化チタンを得るまでの一例を示したフローシートである。

温度 25°C、時間 10 分の条件で振とうした時に得られた Fe^{3+} の抽出曲線である。曲線 2 は同時に得られた Ti^{4+} の抽出曲線である。また、曲線 3 はエチルエーテルを用い、上記と同様の振とう条件で振とうした時に得られた Fe^{3+} の抽出曲線であり、曲線 4 は同時に得られた Ti^{4+} の抽出曲線である。

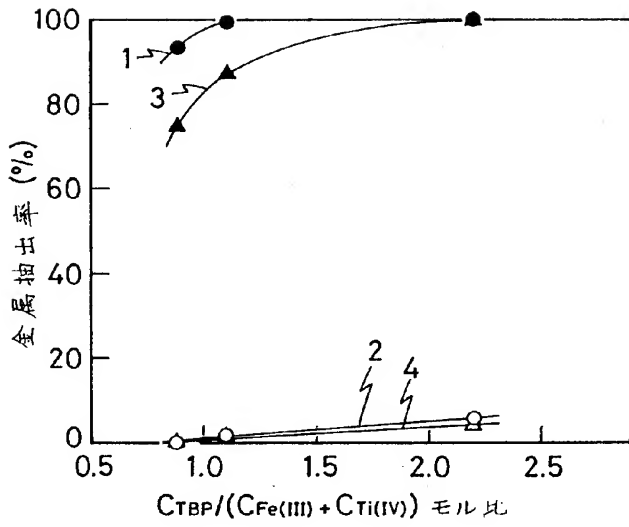
第 2 図は混合溶液からの Fe^{3+} と Ti^{4+} の抽出挙動によらずリン酸トリ-*n*-ブチルの濃度の影響を示した曲線図である。各金属濃度と振とう条件は第 1 図と同じである。曲線 1 は塩酸濃度 6.0 mol/l の時に得られた Fe^{3+} の抽出曲線であり、曲線 2 は同時に得られた Ti^{4+} の抽出曲線である。曲線 3 は塩酸濃度 4.2 mol/l の時に得られた Fe^{3+} の抽出曲線であり、曲線 4 は同時に得られた Ti^{4+} の抽出曲線である。

第 3 図は種々の塩酸濃度におけるリン酸トリ-*n*-ブチルおよび酸化トリ-*n*-オクチルホスフィンによる Ti^{4+} の抽出挙動を示した曲線図である。曲線 1 は Ti^{4+} 濃度 0.540 mol/l の単独

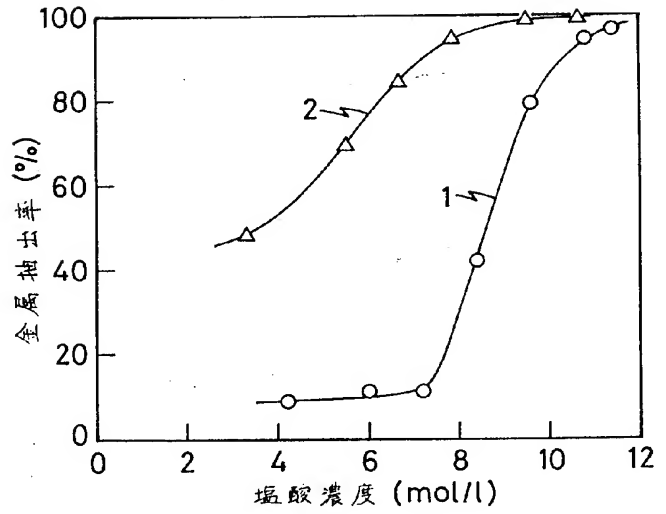
第 1 図



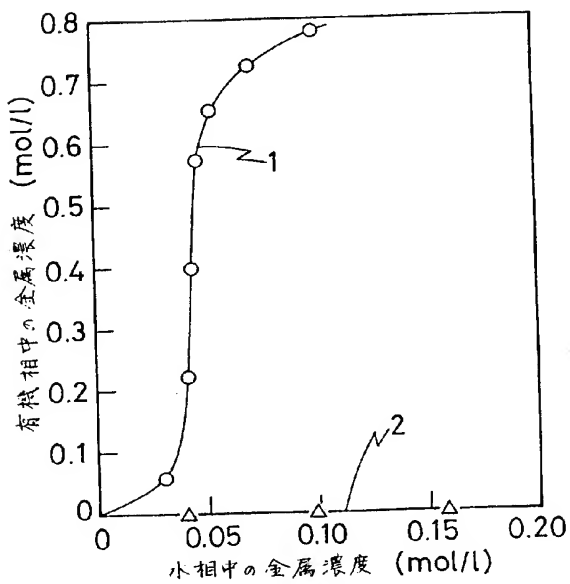
第 2 図



第 3 図



第 4 図



第 5 図

